

PCT/ ES 99 / 00 279¹¹
10/048140

| | |
|-------------------|-----|
| REC'D 13 MAR 2000 | |
| WIPO | PCT |

OFICINA ESPAÑOLA

de

PATENTES y MARCAS

ES 00/00279

4

CERTIFICADO OFICIAL

Por la presente certifico que los documentos adjuntos son copia exacta de la solicitud de PATENTE de INVENCION número 9901652, presentada en este Organismo, con fecha 22 de Julio de 1999.

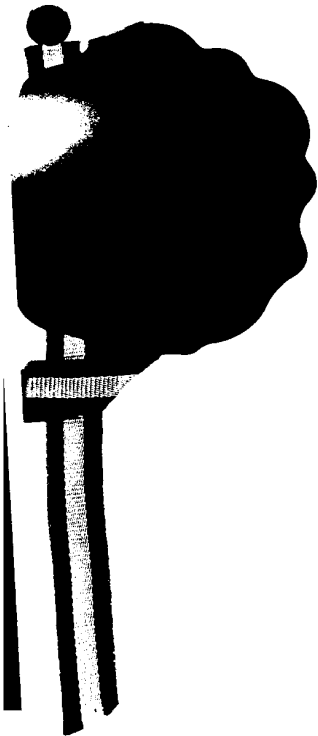
Madrid, 3 de marzo de 2000

El Director del Departamento de Patentes
e Información Tecnológica.

P.D.

M. MADRUGA

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)







OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y
MARCAS

INSTANCIA DE SOLICITUD DE:

NUMERO DE SOLICITUD

P 9901652

FECHA Y HORA DE PRESENTACION EN O.E.P.M.

99 JUL 22 11:16
FECHA Y HORA DE PRESENTACION EN LUGAR DISTINTO O.E.P.M.

☒ PATENTE DE INVENCION ☐ MODELO DE UTILIDAD

| | |
|--|--|
| (1) <input type="checkbox"/> SOLICITUD DE ADICION <input type="checkbox"/> SOLICITUD DIVISIONAL <input type="checkbox"/> CAMBIO DE MODALIDAD <input type="checkbox"/> TRANSFORMACION SOLICITUD EUROPEA | (2) EXPED. PRINCIPAL O DE ORIGEN MODALIDAD NUMERO SOLICITUD FECHA SOLICITUD MODALIDAD NUMERO SOLICITUD FECHA SOLICITUD |
|--|--|

(3) LUGAR DE PRESENTACION CODIGO
MADRID 28

NOMBRE

DNI

B-95-002630

(4) SOLICITANTES(S) APELLIDOS O DENOMINACION JURIDICA

DAVID SYSTEMS TECHNOLOGY, S.L.

(5) DATOS DEL PRIMER SOLICITANTE

DOMICILIO **Carbonero y Sol n° 30**

LOCALIDAD **MADRID**

PROVINCIA **MADRID**

PAIS RESIDENCIA **ESPAÑA**

NACIONALIDAD **ESPAÑOLA**

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS
Dpto. SECRETARIA GENERAL
REPROGRAFIA
Panamá, 1 - Madrid 28071

TELEFONO

CODIGO POSTAL

CODIGO PAIS

CODIGO NACION

28006

ES

ES

(6) INVENTORES

(7) ☐ EL SOLICITANTE ES EL INVENTOR
☒ EL SOLICITANTE NO EL INVENTOR O UNICO INVENTOR

(8) MODO DE OBTENCION DEL DERECHO

☒ INVENC. LABORAL ☐ CONTRATO ☐ SUCESION

APELLIDOS

NOMBRE

NACIONALIDAD

COD. NACION

VER HOJAS INFORMACIONES
COMPLEMENTARIAS

(9) TITULO DE LA INVENCION

MEMBRANA DE POLIMERO PARA LA SEPARACION DE MEZCLAS DE GASES

(10) INVENCION REFERENTE A PROCEDIMIENTO MICROBIOLOGICO SEGUN ART. 25.2 L.P. ☐ SI ☒ NO

(11) EXPOSICIONES OFICIALES

LUGAR

FECHA

(12) DECLARACIONES DE PRIORIDAD

PAIS DE ORIGEN

COD. PAIS

NUMERO

FECHA

(13) EL SOLICITANTE SE ACOGE A LA EXENCION DE PAGO DE TASAS PREVISTA EN EL ART. 162 L.P. ☐ SI ☒ NO

(14) REPRESENTANTE

APELLIDOS

CARPINTERO LOPEZ

NOMBRE

FRANCISCO

CODIGO

4030

DOMICILIO

C/ Alcalá, 35

LOCALIDAD

MADRID

PROVINCIA

MADRID

COD. POSTAL

28014

(15) RELACION DE DOCUMENTOS QUE SE ACOMPAÑAN

☒ DESCRIPCION. N° DE PAGINAS..... 14
☒ REIVINDICACIONES. N° DE PAGINAS. 1
☐ DIBUJOS. N° DE PAGINAS.....
☐ RESUMEN
☐ DOCUMENTO DE PRIORIDAD
☐ TRADUCCION DEL DOCUMENTO DE PRIORIDAD

☐ DOCUMENTO DE REPRESENTACION
☐ PRUEBAS
☒ JUSTIFICANTE DEL PAGO DE TASAS
☒ HOJA DE INFORMACIONES COMPLEMENTARIAS
☒ OTROS

FIRMA DEL FUNCIONARIO

FIRMA DEL SOLICITANTE O REPRESENTANTE

Francisco Carpintero

(16) NOTIFICACION DE PAGO DE LA TASA DE CONCESION

Se le notifica que esta solicitud se considerará retirada si no procede al pago de la tasa de concesión; para el pago de esta tasa dispone de tres meses a contar desde la publicación del anuncio de la concesión en el BOPI, más los diez días que establece el art. 81 del R.D. 10-10-86.

ILMO. SR. DIRECTOR DE LA OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

UNE A-4 MOD. 31011



HOJA INFORMACIONES COMPLEMENTARIAS

☒ PATENTE DE INVENCION☐ MODELO DE UTILIDAD

(4) SOLICITANTES

APELLIDOS O RAZON SOCIAL

NOMBRE

DNI

ES
RU

(6) INVENTORES

APELLIDOS

NOMBRE

NAC.

BLACH VIZOSO

KOTENKO

AMIRKHA NOV

TULSKY

FATEEV

RICARDO

ALEXANDER

DIMITRI

MIKHAIL

VLADIMIR

ES
RU
RU
RU
RU

(11) EXPOSICIONES OFICIALES

LUGAR:

FECHA:

(12) DECLARACIONES DE PRIORIDAD

PAIS DE ORIGEN

CODIGO

NUMERO

FECHA



PATENTE

RESUMEN Y GRAFICO

NUMERO DE SOLICITUD

P 9 0 1 6 5 2

FECHA DE PRESENTACION

RESUMEN (Máx. 150 palabras)

MEMBRANA DE POLIMERO PARA LA SEPARACION DE MEZCLAS DE GASES

Esta membrana comprende fibra hueca asimétrica, a partir de polietersulfuro con fines de pervaporación, tratada con mezclas de líquidos (C_2H_5OH+X) en la que X =tolueno, acetona, dimetalformanida con un contenido entre un 7 - 12% en volumen de la mezcla, tratando posteriormente con una disolución al 2,5% en volumen de uretanosiloxano en alcohol isopropilico.

P
O
1
6
5
2

P
O
1
6
5
2

P
O
1
6
5
2

P
O
1
6
5
2

GRAFICO



(31) NÚM.

(32) FECHA

(33) PAÍS

A1

(12)

PATENTE DE INVENCION

(13)

NÚMERO DE SOLICITUD

(22)

FECHA DE PRESENTACION

22 JUL 1999

(71)

SOLICITANTE (S)

DAVID SYSTEMS TECHNOLOGY, S.L.

NACIONALIDAD

ESPAÑOLA

DOMICILIO

Carbonero v Sol n° 30

MADRID

28006 MADRID

(72)

INVENTOR (ES) VER HOJAS INFORMACIONES
COMPLEMENTARIAS

BLACH VIZOSO

KOTENKO

RICARDO

ALEXANDER

(73)

TITULAR (ES)

(11)

N.º DE PUBLICACION

(45)

FECHA DE PUBLICACION

(62)

PATENTE DE LA QUE ES
DIVISIONARIA

GRAFICO (SOLO PARA INTERPRETAR RESUMEN)

(51)

Int. Cl.

(54)

TITULO

MEMBRANA DE POLIMERO PARA LA SEPARACION DE MEZCLAS
DE GASES

(57)

RESUMEN (APORTACION VOLUNTARIA, SIN VALOR JURIDICO)

**MEMBRANA DE POLIMERO PARA LA SEPARACION DE MEZCLAS DE
GASES**

Esta membrana comprende fibra hueca asimétrica, a partir de polietersulfuro con fines de pervaporación, tratada con mezclas de líquidos (C₂H₅OH+X) en la que X=tolueno, acetona, dimetalformanida con un contenido entre un 7 - 12% en volumen de la mezcla, tratando posteriormente con una disolución al 2,5% en volumen de uretanosiloxano en alcohol isopropilico.

MEMBRANA DE POLIMERO PARA LA SEPARACION DE MEZCLAS DE
GASES

OBJETO DE LA INVENCION

5

La invención está destinada a la tecnología de membranas de separación de mezclas de gases y se puede aplicar en un producto químico, refinerías de petróleo, industrias del gas natural, así como en otras ramas de la industria petroquímica, y se puede usar para la separación de mezclas gaseosas tecnológicas, incluyendo hidrógeno y/o componentes de gas natural con amplio contenido de sulfuro de hidrógeno e hidrocarburos pesados.

15

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

En la actualidad el progreso en las tecnologías de productos químicos está conectado con las nuevas tecnologías de ahorro de energía. Uno de tales procedimientos en perspectiva es la separación por membranas de mezclas de gases.

Los procedimientos de membranas atraen a los técnicos por sus reducidos gastos de comportamiento en el campo, simplicidad de equipo y servicio, y ausencia de equipo completo de intercambio de frío y calor.

Desde mediados de los años 80 la separación por membranas ha desplazado los métodos tradicionales de división de gases, tales como el método criogénico de división y adsorción de funcionamiento a presión. En

este momento, la tecnología de membranas se ha convertido en la más extendida en las siguientes ramas de la industria:

· separación de hidrógeno en procedimientos de
5 ~~química del petróleo y refinería del petróleo;~~

· eliminación de dióxido de carbono del gas natural;

· separación de aire obteniendo nitrógeno altamente enriquecido, y enriquecido antes del 40% de caudal de oxígeno en pleno aire.

10 Una de las aplicaciones más importantes de las membranas de polímeros es la separación y refinado de hidrógeno a partir de los gases de combustible de las refinerías de petróleo. Esto se explica por el coste principal muy elevado de la producción de hidrógeno en
15 instalaciones de un solo propósito, y la posibilidad de usar cualquier otra fuente para obtener hidrógeno presenta un gran interés para los especialistas.

Las fuentes principales de gases residuales que contienen hidrógeno de la química del petróleo son:

20 · el purgado de gas de la síntesis de amoníaco;
· el purgado de gases en la producción de metanol, estireno y otros;
· el gas residual del craking por vapor;
· el gas residual de la hidrodessalquilación de
25 tolueno.

Las fuentes de gases residuales en los procesos de la refinería del petróleo son:

· gas residual del reformado catalítico;
· gas residual del craking catalítico;
30 · gas de escape de la hidra-desulfuración;

gas de escape del hidrocracking.

Sin embargo, es necesario observar que el uso de membranas de polímeros se realizó habitualmente por los medios con contenidos de hidrocarburos pesados menores que en 3-4% en volumen, cuando los contenidos eran más elevados se observó un efecto plastificantes reversible con pérdida de características selectivas, pero sin la destrucción mecánica. Según han demostrado las investigaciones de los inventores, cuando se reducen las concentraciones de hidrocarburos pesados por debajo del 2-3% en volumen gradualmente se restaura la característica selectiva (pero no más del 80% del inicio).

La mayoría ha acogido el método de membranas para eliminar dióxido de carbono a partir del gas natural. La tecnología de membrana permite, en un procedimiento similar a una sola etapa, reducir una concentración de CO₂ desde 5-7% en volumen a 1,0-1,5% en volumen. Se realizaron primero con una membrana a base de acetato de celulosa de "Separex Corporation" [Schell W. J. y otros, J. Chem. Eng. Progress. 1982, v. 78, no. 10, pp. 33-37], y también polisulfona de la compañía "Monsanto" [Monsanto Company], Prism Separators por Monsanto. Para una variedad diferentes fuentes de gas natural (Rusia, Canadá, SAR), estas membranas necesitan una significativa modernización en cuanto a que en el gas natural de estos países se observa un elevado contenido de hasta un 40% de sulfuro de hidrógeno. Como han demostrado las investigaciones de los inventores bajo las condiciones de laboratorio y la industria, la membrana polimérica de

acetato de celulosa, en los medios con contenidos de sulfuro de hidrógeno de 5-7% en volumen, plastifican rápidamente y pierden las características básicas.

5 OBJETO DE LA INVENCION

Las características principales, que definen la capacidad de llevar a la práctica comercial a la membrana, son las siguientes:

- 10 selectividad de la membrana para la separación
 componentes principales. Para un uso comercial
 eficaz para la separación de gas natural y/o que
 contiene hidrógeno, una membrana debe poseer una
 selectividad en el par H_2-CH_4 no menor que 50, y en
15 el par CO_2-CH_4 no menor que 30. Valores inferiores
 de selectividad provocan el uso de esquemas de
 separación multietapa del componente objetivo que
 requiere una compresión adicional que eleva los
 gastos de energía y prolonga vastamente pérdidas
20 inútiles de gas.
- productividad específica. La productividad
 específica de una membrana se define por su tipo y
 estructura, así como por el diseño del separador
 de membrana (como equipo). En tanto en cuanto los
25 procedimientos de separación de membrana se basan
 en las diferentes solubilidad de los gases en el
 polímero y la difusión de las moléculas de gas a
 su través, los gastos de capital de la instalación
 de la membrana se definen con el espesor de una
30 barrera selectiva de membrana. Por otro lado, la

membrana debe soportar una fuerza significativa de presión sobre su pared (por debajo de 5-7 MPa). De forma que los tipos más ampliamente extendidos de membranas de polímeros, que tienen un uso comercial, son de tipo asimétrica y de material compuesto.

geometría de la membrana. Este parámetro se define en la etapa de creación del separador de membrana. Se conocen tres tipos principales de diseños de elementos de membrana (manejo): a) fibra de hoja plana, b) de espiral y c) hueca. Para las dos primeras, se usa la membrana plana situada en forma de láminas pegadas o con volutas en espiral, según sea el caso. El tercer tipo de diseño comprende fijar una fibra de membrana en un haz, fijado posteriormente en un dispositivo de membrana. El tipo de fibra es el de mayor perspectiva.

estabilidad química a componentes de la mezcla que se separa.

Teniendo en cuenta los requisitos enunciados más arriba, los polímeros de mayor perspectiva para la creación de membranas son polisulfona, polietersulfona, polímeros que contienen flúor, poliamidoimida.

La membrana isotrópica de fibra hueca, a partir de poli-4-metilpenteno-1, es bien conocida (nombre comercial en Rusia "Graviton"), que se usa en Rusia en instalaciones de membrana para la separación de mezclas gaseosas, incluyendo componentes de gas natural [Kostrov Yu. A. y otros, Revista de ciencia "Chemical Fibers",

1986, No. 6, pp. 49-51].

Las desventajas de la membrana mencionada, se pueden atribuir a las siguientes características:

- estructuras isotrópicas, y como resultado, baja
- 5 ~~productividad específica;~~
- baja selectividad;
- bajas propiedades selectivas después de trabajar con mezclas en las que la concentración de hidrocarburos pesados (C_3 y pesados) es mayor que el 8% en volumen.

10 Es bien conocida la membrana de fibra hueca de material compuesto a partir de polipropileno, con capa selectiva a partir de polietersulfona [EP MC14 B 01D 13/04, B 01D 53/22, No. 0 174 918, 1985].

Las desventajas de la membrana de material
15 compuesto, se pueden atribuir las siguientes características:

- complicidad tecnológica para aplicar una capa selectiva homogénea sobre el soporte de polipropileno;
- posibilidad de distracción de la capa selectiva,
- 20 incluyendo su extracción.

La solución técnica inmediata de este problema es una membrana asimétrica de fibra hueca de polietersulfona, producida a partir de una membrana de fibra hueca de separación de gas inicial con una
25 selectividad inicial sobre el par $H_2/CH_4 < 5$ por medio de modificación en disolución 0,02 M de HBr/n- C_5 con un tratamiento posterior de vacío hasta 24 horas [Patente de EE.UU., NC1 55/16, No. 4 472 175, 1984].

Las desventajas de esta solución se pueden
30 mencionar las siguientes:

· pérdida de una selectividad alcanzada después de la modificación en el período de explotación (la selectividad del par hidrógeno/metano se reduce constantemente: después de 1 día de explotación la
5 selectividad es 147, después de 6 días 35 y así sucesivamente);

· tiempo de uso muy corto de modificación de la disolución líquida;

· mantener necesariamente la membrana tratada en
10 vacío a fin de alcanzar las propiedades selectivas requeridas hasta 24 horas.

DESCRIPCION DE LA INVENCION

15 Los resultados técnicos de la solución técnica, creada por los autores de la presente invención, para la producción de membrana de fibra hueca asimétrica a partir de polietersulfona son los siguientes:

· altas propiedades selectivas, estables durante el
20 tiempo del uso;

· selectividad requerida para los procedimientos de separación de hidrógeno y/o componentes de gas natural con amplio contenido en H_2S (hasta 40% en volumen) e hidrocarburos pesados (hasta 15% en volumen).

25 El resultado técnico se logra debido al hecho de que la membrana de separación de gas de polímero para dividir los componentes del gas natural tiene una construcción especial:

· primeramente, se trata la membrana de fibra hueca
30 asimétrica a partir de polietersulfona para la

pervaporación con mezclas de líquidos tales como C_2H_5OH + X, en la que X = tolueno, acetona, dimetilformamida, con actitud de X = 7-12% en volumen;

luego la membrana se trata con una disolución al
 5 ~~2,5% en volumen de uretanosiloxano en alcohol~~
 isoamílico;

luego se trata con una mezcla gaseosa de F_2 - HF -
 gas inerte; el contenido de gas inerte varía de 0 a 90%,
 y la actitud de HF en la corriente de F_2 es igual a 4-6%
 10 en volumen.

La membrana de polímero se produce por el
 siguiente procedimiento: se trata una fibra hueca
 inicial a partir de polietersulfona con las mezclas de
 líquidos orgánicos (C_2H_5OH -tolueno, C_2H_5OH -acetona o
 15 C_2H_5OH -dimetilforamida con contenido de disolventes
 orgánicos a C_2H_5OH igual a 7-12% en volumen en el
 período de 60-90 minutos con un próximo bombeo de vacío
 a la temperatura $T=293$ K durante 15 minutos.

La fibra hueca seca se trata con disolución al
 20 2,5% en volumen de uretanosiloxano (por ejemplo,
 siloctano) en isopropanol.

Luego las fibras huecas se modifican en fase
 gaseosa con una mezcla de $F_2:HF:N_2$ (He).

El contenido de componentes inertes varía de 0 a
 25 90% en volumen, el contenido de HF en F_2 es 4-6% en
 volumen. En la tabla No. I se muestran los factores de
 separación reales para pares H_2/CH_4 y CO_2/CH_4 para la
 membrana de fibra hueca, producida en el procedimiento
 arriba mencionado.

Tabla I
Características de separación de la membrana
de polímero de fibra hueca producida

| No. | Tratamiento de disoluciones orgánicas | Modificación de fase gas | Factor de separación | |
|-----|--|---|---------------------------------|----------------------------------|
| | | | H ₂ /CH ₄ | CO ₂ /CH ₄ |
| 1 | | sin modificación | 1,8 | 7 |
| 2 | disolución 8% de tolueno en C ₂ H ₅ OH | sin modificación | 71 | 41 |
| 3 | disolución 8% de tolueno en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =20:80% vol | 84 | 47 |
| 4 | disolución 8% de tolueno en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =40:60% vol | 79 | - |
| 5 | disolución 10% de tolueno en C ₂ H ₅ OH | sin modificación | 69 | 35 |
| 6 | disolución 10% de tolueno en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =20:80% vol | 79 | 41 |
| 7 | disolución 12% de tolueno en C ₂ H ₅ OH | sin modificación | 67 | 35 |
| 8 | disolución 12% de tolueno en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =20:80% vol | 79 | 40 |
| 9 | disolución 12% de tolueno en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =40:60% vol | 73 | 37 |
| 10 | disolución 11% de acetona en C ₂ H ₅ OH | sin modificación | 92 | 45 |
| 11 | disolución 11% de acetona en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =20:80% vol | 97 | 53 |
| 12 | disolución 11% de acetona en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =10:90% vol | 103 | 56 |
| 13 | disolución 11% de acetona en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =40:60% vol | 96 | - |
| 14 | disolución 11% de acetona en C ₂ H ₅ OH | F ₂ +HF=100% vol | 94 | 50 |
| 15 | disolución 7% de acetona en C ₂ H ₅ OH | sin modificación | 84 | 43 |
| 16 | disolución 7% de acetona en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =20:80% vol | 93 | 47 |
| 17 | disolución 7% de acetona en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =10:90% vol | 97 | 50 |
| 18 | disolución 7% de acetona en C ₂ H ₅ OH | F ₂ +HF=100% vol | 88 | 44 |
| 19 | disolución 9% de dimetilforamida en C ₂ H ₅ OH | sin tratamiento | 58 | 34 |
| 20 | disolución 9% de dimetilforamida en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =20:80% vol | 71 | 44 |
| 21 | disolución 9% de dimetilforamida en C ₂ H ₅ OH | (F ₂ +HF):N ₂ =10:90% vol | 67 | 41 |

5 Los resultados obtenidos muestran que las muestras de la membrana tratada con mezclas de líquidos orgánicos, luego tratadas con uretanosiloxano y/o modificadas con mezclas gaseosas, que contienen flúor, permiten unas características selectivas, mejores que las propiedades selectivas de la polietersulfona inicial.

La modificación en fase de gas se puede llevar a cabo en el amplio intervalo de concentración de flúor y

tiempo de tratamiento. Los resultados logrados son estables durante largo tiempo.

Las muestras de membrana, tratadas con flúor, conservan las propiedades selectivas en un medio con
5 elevada concentración de H_2S e hidrocarburos pesados.

Las propiedades asumidas de la membrana producida dependen de las propiedades de separación de la membrana inicial, contenido de la mezcla de líquidos y condiciones de modificación (concentración de flúor,
10 presión de la mezcla de gas modificada, tiempo de tratamiento).

EJEMPLOS DE REALIZACION PREFERENTE DE LA INVENCION

15 Ejemplo 1

Se trata una membrana de fibra hueca asimétrica a partir de polietersulfona por pervaporación en una disolución al 8% (vol.) de tolueno en C_2H_5OH durante 65 minutos, se seca bajo vacío 15 minutos, entonces se
20 trata en disolución al 2,5% (vol.) de uretanosiloxano con isopropanol durante 60 segundos. La fibra hueca se seca en el aire durante 12 horas a fin de alcanzar el factor de separación estable para el par $H_2/CH_4 = 71$, $CO_2/CH_4 = 41$.

25 Ejemplo 2

Se trata una membrana de fibra hueca asimétrica a partir de polietersulfona por pervaporación en una disolución al 11% (vol.) de acetona en C_2H_5OH durante 75 minutos, se seca bajo vacío 15 minutos, entonces se
30 trata durante 60 segundos en disolución al 2,5% (vol.)

de uretanosiloxano con isopropanol. La fibra hueca se seca en el aire durante 12 horas. Después de secar, la membrana de fibra hueca se modifica con una mezcla gaseosa $(F_2+HF):N_2=10:90$ (vol.) durante 60 minutos; eso da por resultado un crecimiento adicional del factor de separación de 92 a 103 para el par H_2/CH_4 , y para el par CO_2/CH_4 de 45 a 56. La membrana producida en tal procedimiento mantuvo sus propiedades bajo la utilización en el medio $H_2S:CH_4=40:60$ (presión 0,3 MPa) durante 240 horas.

Ejemplo 3

Se trata durante 85 minutos una membrana de fibra hueca asimétrica a partir de polietersulfona por pervaporación en una disolución al 9% (vol.) de dimetilforamida en C_2H_5OH , se seca bajo vacío 15 minutos, entonces se trata durante 60 segundos en disolución al 2,5% (vol.) de uretanosiloxano con isopropanol. La fibra hueca se seca en el aire durante 12 horas. Después de secar, la membrana de fibra hueca se modifica con una mezcla gaseosa $(F_2+HF):N_2 = 20:80$ (vol.) durante 120 minutos; eso da por resultado un crecimiento adicional del factor de separación de 58 a 71 para el par H_2/CH_4 , y para el par CO_2/CH_4 de 34 a 44. La membrana producida en tal procedimiento mantuvo sus propiedades bajo la utilización en el medio $CH_4:(C_3H_8 + C_4H_{10} + C_5H_{12}) = 85:15$ (presión 0,1 MPa) durante 240 horas.

Ejemplo 4

Se trata durante 60 minutos una membrana de fibra hueca asimétrica a partir de polietersulfona por

pervaporación en una disolución al 12% (vol.) de tolueno en C_2H_5OH , se seca bajo vacío 15 minutos, entonces se trata durante 60 segundos en disolución al 2,5% (vol.) de uretanosiloxano con isopropanol. La fibra hueca se

5 ~~seca en el aire durante 12 horas. Después de secar, la~~

membrana de fibra hueca se modifica con una mezcla gaseosa $(F_2+HF):N_2 = 20:80$ (vol.) durante 45 minutos;

eso da por resultado un crecimiento adicional del factor de separación de 67 a 79 para el par H_2/CH_4 , y para el

10 par CO_2/CH_4 de 35 a 40. La membrana producida en tal procedimiento mantuvo sus propiedades bajo la utilización en el medio $H_2S:CH_4=40:60$ (presión 0,3 MPa) durante 240 horas.

Ejemplo 5

15 Se trata durante 90 minutos una membrana de fibra hueca asimétrica a partir de polietersulfona por pervaporación en una disolución al 7% (vol.) de acetona en C_2H_5OH , se seca bajo vacío 15 minutos, entonces se trata durante 60 segundos en disolución al 2,5% (vol.)

20 de uretanosiloxano con isopropanol. La fibra hueca se seca en el aire durante 12 horas. Después de secar, la membrana de fibra hueca se modifica con una mezcla gaseosa $(F_2+HF):N_2 = 10:90$ (vol.) durante 60 minutos; eso da por resultado un crecimiento adicional del factor de separación de 84 a 97 para el par H_2/CH_4 , y para el

25 par CO_2/CH_4 de 43 a 50. La membrana producida en tal procedimiento mantuvo sus propiedades bajo la utilización en el medio $CH_4:(C_3H_8 + C_4H_{10} + C_5H_{12}) = 85:15$ (presión 0,1 MPa) durante 240 horas.

El empleo de la invención permite:

- *. realizar el proceso de separación para mezclas gaseosas, que contienen H_2 o componentes de gas natural, con mayor eficacia que las membranas producidas hasta ahora;
- *. separar mezclas con alto contenido de H_2S (hasta 40% en vol.) e hidrocarburos pesados (hasta 15% en vol.);
- 10 *. cambiar condiciones de modificación y/o tratamiento para producir membranas con diferentes propiedades requeridas sobre la base de un solo tipo de membrana inicial - membrana de fibra hueca a partir de polietersulfona para pervaporación;
- 15 *. aumentar la esfera de uso para la membrana de pervaporación;
- *. usar una modificación de flúor en fase gas en todas las etapas de la creación del separador de membrana: como una membrana, como un manojo
- 20 (elemento de membrana) o separador de membrana preparado.

REIVINDICACIONES

1. Membrana de polímero para la separación de componentes de gas natural, que comprende fibra hueca
5 asimétrica, a partir de polietersulfona con fines de pervaporación, tratada con mezclas de líquidos ($C_2H_5OH + X$), en la que $X =$ tolueno, acetona, dimetilformamida, con un contenido de $X=7-12\%$ (vol.) en la mezcla, tratados posteriormente con una disolución al 2,5%
10 (vol.) de uretanosiloxano en alcohol isopropílico.

2. Membrana de polímero, según la reivindicación 1, caracterizada porque se usa membrana de fibra hueca a partir de polietersulfona, modificada con mezcla gaseosa
15 $[(F_2 - HF) : \text{gas inerte}]$ con contenido de $(F_2 - HF)$ en el intervalo de 0-90% (vol.), y concentración de HF en flúor de 4-6% (vol.).